

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-150131

(43)Date of publication of application : 13.06.1995

(51)Int.Cl.

G09K 3/18  
B27K 3/52

(21)Application number : 06-081914

(71)Applicant : WACKER CHEMIE GMBH

(22)Date of filing : 20.04.1994

(72)Inventor : GERHARDINGER DIETER  
MEIER HANS  
KOLLERITSCH GUENTHER

(30)Priority

Priority number : 93 4313219 Priority date : 22.04.1993 Priority country : DE

## (54) PROCESS FOR IMPREGNATING WOOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce an impregnated wood having excellent water repellency.

CONSTITUTION: A wood is treated with a compsn. comprising: (A) a salt of an org. or inorg. acid and an organopolysiloxane which contains SiC-bonded radicals with basic nitrogen in amts. of at least 0.5 wt.% based on the wt. of this organopolysiloxane; (B) a water-repellent active compd. which is not solid at 20° C under 1020 hPa, with the proviso that the water-repellent active compd. can also be an organosilicon compd. which is solid at 20° C under 1020 hPa and dissolves under these conditions to an extent of more than 50 pts.wt. in 100 pts.wt. of the component A, if appropriate mixed with an organosilicon compd. contg. basic nitrogen in amts. of 0 to 0.5 wt.%, based on the wt. of this organosilicon compd., and/or silicic acid esters; and (c) water.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.04.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2740454

[Date of registration] 23.01.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 23.01.2001

(18) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-150131

(43) 公開日 平成7年(1995)6月19日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/18	1 0 4			
B 2 7 K 3/52		Z 9123-2B		

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平6-81914	(71) 出願人	390008969 ワツカー・ケミー ゲゼルシャフト ミツ ト ベシユレンクテル ハフツング WACKER-CHEMIE GESEL LSCHAFT MIT BESCHRA NKTER HAFTUNG ドイツ連邦共和国 ミュンヘン 22 プリ ンツレーゲンテン ストラーセ 22
(22) 出願日	平成6年(1994)4月20日	(72) 発明者	ディーター ゲルハルディンガー ドイツ連邦共和国 ブルクハウゼン イン デン グリューベン 125
(31) 優先権主張番号	P 4 3 1 3 2 1 9 . 7	(74) 代理人	弁理士 矢野 敏雄 (外2名)
(32) 優先日	1993年4月22日		
(33) 優先権主張国	ドイツ (D E)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】... 木材の含浸方法

(57) 【要約】

【目的】 撥水性の優れた含浸木材を製造する方法

【構成】 木材を、次の成分：

(A) 有機または無機酸と、オルガノポリシロキサン  
の重量に対して少なくとも0.5重量%の量で塩基性窒  
素を有するSiC結合基を有するオルガノポリシロキサ  
ンとの塩、(B) 20℃および1020hPaで固体  
ではない撥水性作用物質、ただし、撥水性作用物質は2  
0℃および1020hPaで固体で、この条件下で  
(A) (場合により、この有機ケイ素化合物および/ま  
たはケイ酸エステルの重量に対して0~0.5重量%の  
量の塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物との混合物の  
形) 100重量部中で50重量部よりも多く溶解されて  
いる有機ケイ素化合物であってもよいものとする、およ  
び(C) 水を含有する組成物で処理する木材の含浸方  
法

(2)

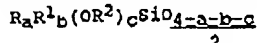
特開平7-150131

1

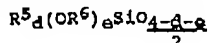
【特許請求の範囲】

【請求項1】 木材を、次の成分：

(A) 有機または無機酸と、オルガノポリシロキサン  
の重量に対して塩基性窒素少なくとも0.5重量%の量  
で塩基性窒素を有するSiC結合基を有するオルガノポ  
リシロキサンとの塩、(B) 20℃および1020h  
Paで固体ではない撥水性作用物質、ただし、撥水性作  
用物質は20℃および1020hPaで固体で、この条  
件下で(A) (場合により、この有機ケイ素化合物および



【式中、Rは同じまたは異なってもよく、水素または塩  
基性窒素を含有しない1価のSiC結合有機基を表わ  
し、R<sup>1</sup>は同じまたは異なってもよく、塩基性窒素を有  
する1価のSiC結合有機基を表わし、R<sup>2</sup>は同じまた  
は異なってもよく、水素原子または1価の有機基を表わ  
し、aは0、1、2または3を表わし、bは0、1、2  
または3を表わし、およびcは0、1、2または3を表  
わし、ただし、bは平均して少なくとも0.05であ  
り、a、bおよびcの総和は3以下であり、かつ基R<sup>1</sup> 20  
はオルガノポリシロキサン分子1個あたり0.5重量%  
よりも多い量で塩基性窒素が存在するものとする】で示※



【式中、R<sup>1</sup>は同じまたは異なってもよく、水素または  
1価のSiC結合有機基を表わし、R<sup>2</sup>は同じまたは異  
なってもよく、水素原子または1価の有機基を表わし、  
dは0、1、2、3または4を表わし、およびeは0、  
1、2、3または4を表わし、ただし、dとeとの総和  
は、4以下であり、塩基性窒素の含量はそれぞれの有機  
ケイ素化合物の重量に対して0~0.5重量%である】  
で示される単位からなる有機ケイ素化合物またはケイ酸  
エステルを使用する請求項1から3までのいずれか1項  
記載の方法。

【請求項5】 成分(B)が添加物としてタンニン、殺  
菌剤、殺細菌剤、保存剤、アルジサイド、殺微生物  
剤、香料、調味剤、防炎剤および/またはUV線吸収物  
質を含有する請求項1から4までのいずれか1項記載の  
方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、塩基性窒素を含有する  
有機ケイ素化合物、撥水性作用物質および水からなる水  
性組成物で木材を含浸する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 有機ケイ素化合物は、建造物の保護にお  
いて、特に水に対する優れた含浸作用および保護、その  
環境適合性および生理的安全性のために使用される。木  
材防腐剤の作用のために、木材中への迅速かつ深い侵入  
が重要である。この木材中への侵入は、今までは有機ケ

2

\*び/またはケイ酸エステルの重量に対して0~0.5重  
量%の量の塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物との混  
合物の形で)100重量部中に50重量部よりも多く溶  
解されている有機ケイ素化合物であってもよいものとし  
る、および(C) 水を含有する組成物で処理する木材  
の含浸方法。

【請求項2】 一般式I：

【化1】

(I)

※される単位からなるオルガノポリシロキサンと、有機ま  
たは無機酸との反応により含浸可能な組成物の成分

(A)が得られる請求項1記載の方法。

【請求項3】 撥水性を付与する化合物として、有機ケ  
イ素化合物、ケイ酸エステルおよび/または有機フッ素  
化合物の重量に対して、0~0.5重量%の量で塩基性  
窒素を有する有機ケイ素化合物を使用する請求項1また  
は2記載の方法。

【請求項4】 撥水性を付与する化合物として、一般式  
III：

【化2】

(III)

イ素化合物を有機溶剤または水中で溶解させることによ  
り促進されていた。

【0003】 DE-A-3900303において、プロ  
ピルトリメトキシシランの水溶液で木材を含浸すること  
が記載されている。US-A-5073195には、水  
溶性シランカップリング剤とアルキルトリアルコキシシ  
ランとの水溶液で木材を処理することが記載されてい  
る。しかし、この水溶液は、長期間保持することができ  
ない、それというのも急速に不溶性の縮合生成物が生じ  
てしまい、この生成物はもはや木材中へは侵入しないた  
めである。

【0004】 1992年12月10日出願の先願のドイ  
ツ連邦共和国特許出願番号P4241727号明細書に  
は、(A) 有機または無機酸と、オルガノポリシロキ  
サンの重量に対して塩基性窒素少なくとも0.5重量%  
の量で塩基性窒素を有するSiC結合基を有するオルガ  
ノポリシロキサンとの塩、(B) 20℃および102  
0hPaで、水100重量部中に多くとも1重量部ま  
での可溶性固形物(20℃および1020hPaで固体  
の有機ケイ素化合物を除く)、これは前記の条件下で  
(A) (場合により(C)との混合した形)100重量  
部中で50重量部より多くまで溶解する、および、場合  
により(C) 有機ケイ素化合物の重量に対して0~  
0.5重量%の量で塩基性窒素を有する有機ケイ素化  
合物を含有する、水に自己分散性の、オルガノシロキサン  
含有組成物およびこの組成物を用いた木材の処理が記載

(3)

特開平7-150131

3

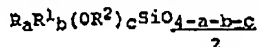
されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、木材を特に水分に対して有効に含浸する木材および木材から製造された製品、たとえばチップボードの含浸方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】前記の課題は、本発明により、木材を、(A) 有機または無機酸と、オルガノポリシロキサンとの重量に対して少なくとも0.5重量%の量で塩基性窒素を有するSiC結合基を有するオルガノポリシロキサンとの塩、(B) 20°Cおよび1020 hPaで固体ではない撥水性作用物質、ただし、撥水性作用物質は20°Cおよび1020 hPaで固体で、この条件下で、(A) (場合により、この有機ケイ素化合物および/またはケイ酸エステルの重量に対して0~0.5重量%の量の塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物\*



【0011】【式中、Rは同じまたは異なってもよく、水素または塩基性窒素を含有しない1価のSiC結合有機基を表わし、R<sup>1</sup>は同じまたは異なってもよく、塩基性窒素を有する1価のSiC結合有機基を表わし、R<sup>2</sup>は同じまたは異なってもよく、水素原子または1価の有機基を表わし、aは0、1、2または3を表わし、bは0、1、2または3を表わし、およびcは0、1、2または3を表わし、ただし、bは平均して少なくとも0.05であり、a、bおよびcの総和は3以下であり、かつ基R<sup>1</sup>はオルガノポリシロキサン分子1個あたり0.5重量%よりも多い量で塩基性窒素が存在するものとする】で示される単位からなるようなものである。

【0012】Rは有利に、場合により置換された1~20個の炭素原子を有する炭化水素基を表わし、その際、1~8個の炭素原子を有する炭化水素基、特にメチルおよびイソオクチル基が特に有利である。

【0013】水素原子が結合しているそれぞれのケイ素原子には、炭化水素基、特にメチル基が結合しているのが有利である。

【0014】基Rの例は、アルキル基、たとえばメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、t-ブチル基、n-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、t-ペンチル基；ヘキシル基、たとえばn-ヘキシル基；ヘプチル基、たとえばn-ヘプチル基；オクチル基、たとえばn-オクチル基およびイソオクチル基、たとえば2, 2, 4-トリメチルペンチル基；ノニル基、たとえばn-ノニル基；デシル基、たとえばn-デシル基；ドデシル基、たとえばn-ドデシル基；オクタデシル基、たとえばn-オクタデシル基；アルケニル基、たとえばビニル基、アリル基、n-5-ヘキセニル基、4-ビニルシク

4

\*物との混合物の形) 100重量部中で50重量部よりも多く溶解されている有機ケイ素化合物であってもよい、および(C) 水を含有する組成物で処理する木材の含浸方法により解決する。

【0007】本発明の、範囲内で虫を用いて表示する「塩基性窒素」という表現は、元素として計算された窒素素に関する。

【0008】成分(A)として含浸する組成物中に使用することができる化合物は、すでに公知である。これについては、US-A-4661551に記載されている。成分(A)は界面活性剤として作用し、同時に撥水性でもある。

【0009】有機または無機酸との反応により含浸する組成物の成分(A)を得ることができるオルガノポリシロキサンは、有利に、一般式I:

【0010】

【化3】

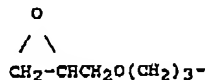
(I)

20 ロヘキシル基および3-ノルボルネニル基；シクロアルキル基、たとえばシクロペンチル基、シクロヘキシル基、4-エチルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基、ノルボルネニル基およびメチルシクロヘキシル基；アリール基たとえばフェニル基、ピフェニル基、ナフチル基およびアントリル基およびフェナントリル基；アルカリール基、たとえばo-, m-, p-トルイル基、キシリル基およびエチルフェニル基；アラルキル基、たとえばベンジル基、α-およびβ-フェニルエチル基である。

30 【0015】基Rとして置換された炭化水素基の例は、ハロゲン化炭化水素基たとえばクロロメチル基、3-クロロプロピル基、3-ブロモプロピル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基および5, 5, 5, 4, 4, 9, 3-ヘプタフルオロペンチル基、ならびにクロロフェニル基、ジクロロフェニル基およびトリフルオロトリル基；メルカプトアルキル基、たとえば2-メルカプトエチル基および3-メルカプトプロピル基；シアノアルキル基、たとえば2-シアノエチル基および3-シアノプロピル基；アクリルオキシアルキル基、たとえば3-アクリルオキシプロピル基および3-メタクリルオキシプロピル基；ヒドロキシアルキル基、たとえばヒドロキシプロピル基および式:

【0016】

【化4】



【0017】および

$\text{HOCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{SCH}_2\text{CH}_2-$ である。

50 【0018】基R<sup>1</sup>は、有利に、一般式II:

(4)

特開平7-150131

5

6

 $R', NR' -$ 

〔式中、 $R'$ は同じまたは異なってもよく、水素または場合により置換された1価の炭化水素基を表わし、 $R'$ は分枝鎖炭化水素基を表わす〕で示される基である。

〔0019〕基 $R'$ の例は、基 $R$ について記載した炭化水素基の例ならびにアミノ基で置換された炭化水素基、たとえばアミノアルキル基であり、その際、アミノエチル基が特に有利である。

〔0020〕一般式(1)の基中のそれぞれの窒素原子には少なくとも1個の水素原子が結合するのが有利である。

〔0021〕基 $R'$ は、1~10個の炭素原子、有利に1~4個の炭素原子を有する分枝した炭化水素基、特にn-プロピレン基が有利である。

〔0022〕基 $R'$ の例は、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、シクロヘキシレン基、オクタデシレン基、フェニレン基およびブテニレン基である。

〔0023〕 $R'$ の例は、 $H_2N(CH_2)_1-$ 、 $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_1-$ 、 $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2-$ 、 $H_2N(CH_2)_3-$ 、 $H_2CNH(CH_2)_1-$ 、 $C_2H_5NH(CH_2)_1-$ 、 $H_2CNH(CH_2)_1-$ 、 $C_2H_5NH(CH_2)_1-$ 、 $H_2N(CH_2)_1-$ 、 $H(NHCH_2CH_2)_1-$ 、 $C_2H_5NH(CH_2)_1NH(CH_2)_1-$ 、シクロ- $C_6H_{11}NH(CH_2)_1-$ 、シクロ- $C_6H_{11}NH(CH_2)_2-$ 、 $(CH_3)_2N(CH_2)_1-$ 、 $(CH_3)_2N(CH_2)_2-$ 、 $(C_2H_5)_2N(CH_2)_1-$ および $(C_2H_5)_2N(CH_2)_2-$ である。

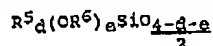
〔0024〕アルキル基 $R$ の例は、 $R'$ についても全ての範囲で通用する。

〔0025〕aについての有利な平均値は、0~2、特に0~1.8である。

〔0026〕bについての有利な平均値は、0.1~0.6、特に0.15~0.30である。

〔0027〕cについての有利な平均値は、0~0.8、特に0.01~0.6である。

〔0028〕式(1)の単位からなるオルガノポリシロキサンは、20~50 mm<sup>2</sup>/s (25℃)の粘度および2.7~3.2のアミン価を有する、 $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサンと、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシランとの反応生成物(シロキサン i)、ならびに60 mm<sup>2</sup>/s (25℃)の粘度および2.15のアミン価を有する、 $CH_3Si(OC_2H_5)_2O_{1.1}$ とN-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシランと\*



〔0036〕〔式中、 $R'$ は同じまたは異なってもよく、水素または1価のSi-C結合有機基を表わし、 $R'$

\*の反応生成物(シロキサン i)であり、その際、シロキサン iが特に有利であり、アミン価は物質1gを中和するために必要である1-n-HClのml数に相当する。

〔0029〕式(1)の単位からなるオルガノポリシロキサンは、有利に、25℃に関して5~2500、特に10~500 mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する。

〔0030〕式(1)の単位からなるオルガノポリシロキサンは、公知の方法で、たとえばアミノ官能性シランと、塩基性窒素を含有していないオルガノポリシロキサンとの縮合もしくは平衡化により製造することができる。

〔0031〕本発明による材料の成分(A)の製造のために使用される有機または無機酸は、今まで有機または無機酸と塩基性窒素を有するSi-C結合基を有するオルガノポリシロキサンとの塩を製造するために使用することができるものと同じであることができる。この種の酸の例は、HCl、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、酢酸、トリフルオロ酢酸、プロピオン酸、リン酸水素ジエチルである。塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサンと接触して、場合により水と一緒に、相応する酸を介してかまたは直接成分(A)に反応させる酸ハロゲン化物も使用することができる。適当な酸ハロゲン化物の例は、アルキルまたはアリールスルホンハロゲン化物(その際場合により、ハロゲン置換されたアルキル基またはアリール基は前記の基Rと一致しており)たとえばペンタフルオロオクチルスルホンクロリドである。プロピオン酸および酢酸が有利であり、酢酸が特に有利である。

〔0032〕成分(A)として使用したオルガノポリシロキサン塩は、この塩の単一の種類ならびにこのような塩の2種類以上からなる混合物であることができる。

〔0033〕撥水性作用物質(B)は、今まで、たとえば塗材、繊維製品、皮革または紙に撥水性を付与するために使用している公知の化合物である。多様な撥水性付与化合物からなる混合物または1種類だけの化合物を撥水性作用物質(B)として使用することもできる。撥水性を付与する化合物として、有機ケイ素化合物、ケイ酸エステルまたは有機フッ素化合物の重量に関して0~0.5重量%の量で塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物を使用するのが有利である。

〔0034〕撥水性を付与する化合物として使用される有機ケイ素化合物またはケイ酸エステルは、有利に、一

般式(1)：

〔0035〕

〔化5〕

(III)

は同じまたは異なってもよく、水素原子または1価の有機基を表わし、dは0、1、2、3または4を表わし、

50

(5)

特開平7-150131

7

8

およびeは0、1、2、3または4を表わし、ただし、dとeとの総和は4以下であり、塩基性窒素の含量は、それぞれの有機ケイ素化合物の重量に対して0~0.5重量%であるものとする]で示される単位からなるようなものである。

〔0037〕基R'の例は、基Rについて記載した例ならびにアミノ基で置換された炭化水素基である。

〔0038〕基R'の例は、R'について記載した例である。

〔0038〕一般式(III)の単位からなる有機ケイ素化合物は、シラン、つまりdとeとの総和は4であることができる。

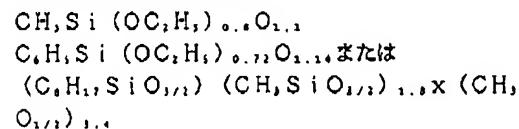
〔0040〕一般式(III)の単位からなる有機ケイ素化合物は、オルガノシロキサン、つまりdとeとの総和は3以下であることができる。

〔0041〕一般式(III)の単位からなる化合物は、dが0である場合のケイ酸エステルである。

〔0042〕一般式(III)のシランの有利な例は、1または2個の同じまたは異なる、場合によりハロゲン置換されている、SiCを介して結合する1個のC<sub>1</sub>~C<sub>12</sub>炭化水素基を有するオルガノアルコキシシランであり、この場合、残りの基は、同じまたは異なるC<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>アルコキシ基である。i-オクチルトリメトキシシランおよびi-オクチルトリエトキシシランが特に有利である。

〔0043〕一般式(III)のケイ酸エステルの有利な例は、C<sub>1</sub>~C<sub>6</sub>アルコキシ基を有し、25℃で多くとも20mm<sup>2</sup>/sの粘度を有するモノマーおよび/ポリマーのケイ酸エステルである。一定のケイ酸エステルまたは多様なケイ酸エステルの混合物を使用することもできる。有利なケイ酸エステルはC<sub>1</sub>~C<sub>6</sub>アルコキシ基を含有し、25℃で1~5mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する。有利なケイ酸エステルの例は、ケイ酸テトラメチル、ケイ酸テトラエチルおよびケイ酸テトライソプロピルである。

〔0044〕一般式(III)のオルガノシロキサンの有利な例は、メチルトリクロロシランおよびC<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>アルキルトリクロロシラン、またはフェニルトリクロロシランと、メタノールまたはエタノールとを水中で反応させることにより得られるようなアルキルアルコキシシロキサンであり、たとえば有利に25℃で5~50mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する次の式:



のオルガノポリシロキサンである。

〔0045〕一般式(III)のオルガノシロキサンの他の有利な例は、鎖中の基R'として、もっぱらメチル基、フェニル基または3,3,3-トリフルオロプロピ

ル基を含有し、末端基としてヒドロキシル基を含有する線状オルガノポリシロキサン、たとえば有利に25℃で100~180mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、両方の末端にそれぞれヒドロキシル基を含有するポリジメチルシロキサン;基R'としてもっぱらメチル基、フェニル基または3,3,3-トリフルオロプロピル基を含有する線状オルガノポリシロキサン、たとえば有利に25℃で0.5~10<sup>4</sup>mm<sup>2</sup>/sの粘度を有するポリジメチルシロキサンおよび基R'としてもっぱらメチル基、フェニル基または水素基を含有するオルガノポリシロキサン、たとえば0.05~5.0重量%の水素含量を有し、20~70のジメチルシロキサン単位の鎖長を有し、有利に25℃で10~1000mm<sup>2</sup>/sの粘度を有するポリジメチルシロキサンである。

〔0046〕式(III)のオルガノシロキサンの他の有利な例は、基R'としてもっぱら1~12個の炭素原子を有するアルキル基を含有する分枝オルガノシロキサン、たとえば式:R'(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>SiO<sub>1/2</sub>, R'(C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub>)SiO<sub>1/2</sub>およびR'SiO<sub>1/2</sub>〔式中、R'は4~12個の炭素原子を有するアルキル基を表わす〕の2~20個のシロキサン単位からなるポリジメチルシロキサンである。

〔0047〕一般式(III)のオルガノシロキサンの他の有利な例は、オルガノシロキサン樹脂である。指数dは0.8~1.8、特に1.0~1.7の値を有するのが有利である。指数eは0~0.5の値であり、d+eの総和が最大で1.9の値であるのが有利である。有利なオルガノシロキサンは、式:R<sup>a</sup><sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>, R<sup>a</sup><sub>2</sub>SiO<sub>1/2</sub>およびSiO<sub>1/2</sub>の単位から構成されるかまたは式:R<sup>a</sup><sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>およびR<sup>a</sup><sub>2</sub>SiO<sub>1/2</sub>の単位から構成され、その際、R<sup>a</sup>は一般式IIIにおいて表わしたR'またはOR'を表わす。オルガノシロキサン樹脂の有利な例は、約60℃の融点を有する式:



(Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「BS 1321」の商品名で市販されている)の樹脂である。

〔0048〕成分(B)として使用される有機ケイ素化合物が20℃で1020hPaで固体である場合、これはこの条件下で、(A)100重量部、または(A)と有機ケイ素化合物および/またはケイ酸エステルの重量に対して0~0.5重量%の量で塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物との混合物100重量部中に50重量部よりも多く溶解しなければならない。固体の有機ケイ素化合物の溶解性を高めるために、特に、前記したシラン、多くとも25℃で2mm<sup>2</sup>/sの粘度を有するシロキサンおよび一般式(III)のモノマーのケイ酸エステルが使用される。

〔0049〕撥水性作用物質(B)として使用することができる有利な有機フッ素化合物は、たとえばフッ素化された、特に過フッ素化された炭化水素、フッ素化され

(6)

特開平7-150131

9

10

たアクリル酸エステルおよびメタクリル酸エステル、フルオロアルカンスルホン酸および特に少なくとも4個の炭素原子を有する過フルオロアルキル基を有する場合にフッ素化カルボン酸の塩である。有利な1個のフッ素化カルボン酸塩の例は、有利に4~18個の炭素原子を有する1または2個の過フルオロアルキル基を有するアリールカルボン酸、たとえば安息香酸またはナフトエ酸の塩である。この有機フッ素化合物は、有利に少なくとも10重量%のフッ素含量を有する。

【0050】成分(B)は、有機ケイ素化合物でもケイ酸エステルでもない溶解剤を含有することができる。有利な溶解剤は、アルキレングリコール、たとえばプロピレングリコール、軟化剤として公知の分子中合計で10~30個の炭素原子を有するモノ-およびジカルボン酸エステル、たとえばジオクチルアジベートおよびジオクチルフタレートおよび少なくとも5個の炭素原子を有するケトン、たとえばメチルペンタノンである。溶解剤は、成分(B)中で有利に0~40重量%、特に0~10重量%含有することができる。

【0051】成分(B)は特定の目的のために前記した成分の他に添加剤を含有することができる。適当な添加剤は、たとえばタンニン、殺菌剤、殺菌剤、保存剤、アルジサイド、殺微生物剤、香料、調味剤、防炎剤および/またはUV吸収物質である。成分(B)は、それぞれ有利に0.001~1重量%、特に0.01~0.1重量%の量で添加剤を含有する。

【0052】本発明による方法において、有利に成分(A)100重量部に関して、成分(B)40~800、特に80~500重量部を使用し、その際、成分(B)は固体の有機ケイ素化合物の溶解性を高めるために添加された、有機ケイ素化合物および/またはケイ酸エステル、場合により存在する溶解剤および添加剤の重量に関して0~0.5重量%の量で塩基性窒素を有する有機ケイ素化合物も考慮される。成分(A)および(B)の重量部の総和に対して、有利に水(C)が、約3~20、特に6~15重量%の適用のために仕上がった含浸水溶液を生じるような重量部で添加される。

【0053】含浸される組成物は、有利に4~7、特に有利に5のpH値を有する。

【0054】含浸される組成物は、一般式(I)の単位からなるオルガノポリシロキサンと、有機または無機酸とを混合させて成分(A)を形成させ、成分(B)と混合し、引き続き水(C)と混合することにより製造される。前記の全ての混合工程は15~120℃、特に20~30℃で、0.09~0.11MPaの圧力で実施するのが有利である。

【0055】成分(A)と(B)との混合物は、水と自発的に、つまり高い機械的エネルギーを利用せずに、単に水と混合させ、かき回すことにより安定な水性希釈液が生じる。この場合、本発明による使用される疎水性作

用物質(B)は水中で均質でかつ微細に分散する。

【0056】含浸する組成物を木材へ適用することは、公知の方法で、たとえばボイラー圧力法(Kesseldruckverfahren)においてたとえば完全含浸、節約含浸、交替含浸、真空含浸またはこれらの組み合わせ、たとえば加圧吸引含浸、棉吸引含浸または槽加圧吸引含浸による樹液追出法、拡散含浸または槽含浸、たとえば調整含浸、ならびに刷毛塗り、浸漬、フロー、吹付により行うことができる。

【0057】本発明による方法は、処理した木材が撥水特性を有するという利点を有する。さらに、本発明による方法により、本発明による組成物中の成分(B)として疎水性作用物質を処理すべき木材中に均質でかつ微細に侵入させることができる。「木材」という表現は、本明細書中では塊状の木材に制限するものではなく、木材から製造された製品、チップボード、ファイバーボード、木片、木毛および木屑も包括される。

【0058】次の実施例において、他に表示のない限り、部およびパーセンテージの全ての表示は重量に関する。他に表示のない限り、次の実施例は大気圧で、つまり約0.10MPaで、室温で、つまり約20℃で、もしくは付加的加熱または冷却なしで室温で反応物を混合させた場合に生じる温度で実施される。実施例において記載された全ての粘度表示は、25℃の温度に関する。

【0059】

【実施例】塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサンの製造

【0060】シロキサンA

攪拌機、滴下漏斗および還流冷却器を備えた1lの三口フラスコ中で、攪拌しながら、メタノール4g中のKOH 2gおよび約4000g/molの平均分子量を有する、末端単位にそれぞれ1個のSi結合ヒドロキシル基を有する $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシメチルポリシロキサンからなる混合物に、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン150gを添加し、こうして得られた混合物を8時間還流しながら加熱して沸騰させ、次いで30℃に冷却し、10%の塩酸2.5mlを混合した。140℃まで加熱することによって、最終的にメタノールを留去し、こうして得られたオルガノポリシロキサンからKClを濾過により除去した。こうして得られたオルガノポリシロキサンは25℃で50mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、2.9%の塩基性窒素を含有していた。

【0061】シロキサンB

この製造は、シロキサンAの製造と同様に行うが、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン250gを用いた。こうして得られたオルガノポリシロキサンは25℃で20mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、3.2%の塩基性窒素を含有していた。

【0062】例1~11

50



(7)

特開平7-150131

11

12

室温で次に記載する成分を記載された順序で混合した。  
全ての例において、透明な溶液が得られた。引き続き、  
透明の溶液1部にそれぞれ水9部を添加し、攪拌した。  
透明な安定性の含浸組成物が得られた。

【0063】例1

シロキサンB 15.4g

イソオクチルトリエトキシシラン 80.8g \*

シロキサンB 40.0g

0.65mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、メチレン基を有する線状ポリジメチルシリ

コーン油 47.0g

酢酸(水中98重量%) 3.0g

【0066】例4

シロキサンB 48.6g

100~180mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、ヒドロキシル末端基を有する線状ポ

リジメチルシリコーン油 48.6g

酢酸(水中98重量%) 2.4g

【0067】例5

シロキサンB 38.8g

100~180mm<sup>2</sup>/sの粘度を有し、ヒドロキシル末端基を有する線状ポ

リジメチルシリコーン油 38.8g

プロピレングリコール-1,2 20.0g

酢酸(水中98重量%) 2.4g

【0068】例6

シロキサンA 27.8g

イソオクチルトリメトキシシラン 35.0g

1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>のケイ酸エステル(Wa  
cker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されて  
いる) 10.0g

約600g/Molの平均分子量および約20mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式:  
CH<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>O<sub>1.5</sub>のオルガノポリシロキサン

20.8g

酢酸(水中98重量%) 6.4g

【0069】例7

シロキサンA 24.0g

イソオクチルトリメトキシシラン 46.0g

1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>のケイ酸エステル(Wa  
cker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されて  
いる) 10.0g

約10~30mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>1.5</sub>)(CH<sub>3</sub>Si  
O<sub>1.5</sub>)<sub>1.5</sub>x(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O<sub>1.5</sub>)<sub>1.5</sub>のオルガノポリシロキサン

10.0g

酢酸(水中98重量%) 6.0g

【0070】例8

シロキサンA 19.5g

イソオクチルトリメトキシシラン 24.5g

1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>のケイ酸エステル(Wa  
cker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されて  
いる) 7.0g

約600g/Molの平均分子量および約20mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式:  
CH<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>O<sub>1.5</sub>のオルガノポリシロキサン

(8)

特開平7-150131

13

14

酢酸 (水中98重量%) 14.5g  
 10<sup>4</sup>mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する、MeSiO<sub>1.8</sub>80%およびMe<sub>2</sub>SiO<sub>1.2</sub>20%からなる樹脂 4.5g  
 30.0g

【0071】例9

シロキサンB 25.6g  
 イソオクチルトリメトキシシラン 22.4g  
 4mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>1.8</sub>O<sub>0.2</sub>のケイ酸エステル (Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 40」の商品名で市販されている) 9.7g  
 約10~30mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>1.1</sub>)(CH<sub>3</sub>SiO<sub>1.2</sub>)<sub>1.8</sub>x(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O<sub>1.1</sub>)<sub>1.4</sub>のオルガノポリシロキサン 19.2g  
 酢酸 (水中98重量%) 6.0g  
 式: MeSiO<sub>1.8</sub>(OEt)<sub>0.2</sub> (Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在「BS 1321」の商品名で市販されている) 16.7g

【0072】例10

シロキサンA 18.0g  
 イソオクチルトリメトキシシラン 34.5g  
 1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>1.8</sub>のケイ酸エステル (Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されている) 10.5g  
 約10~30mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>1.1</sub>)(CH<sub>3</sub>SiO<sub>1.2</sub>)<sub>1.8</sub>x(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O<sub>1.1</sub>)<sub>1.4</sub>のオルガノポリシロキサン 7.5g  
 酢酸 (水中98重量%) 4.5g  
 10<sup>4</sup>mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する、MeSiO<sub>1.8</sub>80%およびMe<sub>2</sub>SiO<sub>1.2</sub>20%からなる樹脂 25.0g

【0073】例11

シロキサンA 12.0g  
 イソオクチルトリメトキシシラン 23.0g  
 1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>1.8</sub>のケイ酸エステル (Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されている) 7.0g  
 約10~30mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>1.1</sub>)(CH<sub>3</sub>SiO<sub>1.2</sub>)<sub>1.8</sub>x(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O<sub>1.1</sub>)<sub>1.4</sub>のオルガノポリシロキサン 5.0g  
 酢酸 (水中98重量%) 3.0g  
 1.6%の水素原子含量を有し、20~25mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する線状ポリジメチルシリコーン油 50.0g

含浸組成物で充填された1リットルガラス容器に、9.2重量%の残留湿度を有するトウヒ木材 (サイズ7cm×7cm×1cm) を載せ、回転木戸の形に固定した。含浸を1分あたり12回の回転運動により室温で8時間にわたり行った。引き続き、試験体の乾燥を23℃で3週間により50%の相対湿度で行った。

【0074】含浸された試験体を23℃で水に浮かして貯蔵し、濾紙で付着水を除去し、30もしくは60分後に計量した。吸水性を重量%で測定した。含浸作用を、

含浸すべき未処理の木材の吸水値 (80分間の値WA) から明らかにした。

【0075】

【数1】

$$100 - \frac{\%WA_{含浸} \times 100}{\%WA_{未処理}} = \text{含浸効}$$

【0076】この結果を表Iにまとめた。

【0077】

【表1】

(9)

特開平7-150131

15

16

木材含浸 - 吸水性

試験体の処理	吸水性 (重量%)		含浸効果 未処理の木材に比べて(%)
	30分後	60分後	
未処理	40,6	49,4	-
例 1	11,5	15,1	69,5
例 2	2,1	3,6	92,8
例 3	7,2	11,4	77
例 4	2,5	4,0	91,2
例 5	7,8	10,6	78,8
例 6	3,2	4,6	90,7
例 7	8,3	12,1	75,5
例 8	2,0	3,6	92,8
例 9	4,8	7,5	84,8
例 10	5,4	8,6	82,6
例 11	2,6	3,8	92,3

【0078】例12および13

\*加しなかった。

例1~11中と同様に、次に記載する成分から透明で安定な含浸組成物を製造するが、透明溶液に水10部を添\*

【0079】例12

シロキサンA 40.0g  
酢酸 (水中98重量%) 5.0g  
メチルトリメトキシシラン 40.0g

1.0mm<sup>2</sup>/sの粘度を有する式: Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>のケイ酸エステル (Wacker-Chemie GmbH社、ミュンヘン在の「Silikat TES 28」の商品名で市販されている) 10.0g

【0080】例13

シロキサンA 40.0g  
酢酸 (水中98重量%) 5.0g  
10<sup>6</sup>mm<sup>2</sup>/sの平均粘度を有する、MeSiO<sub>1.8</sub>80%およびMe<sub>2</sub>SiO<sub>2.2</sub>20%からなる樹脂 50.0g  
イソオクチルトリメトキシシラン 50.0g

含浸組成物を用いて、4cm×4cm×10cmの寸法のトウヒ木材からなる試験体を処理し(1時間、0.01MPaで真空、1時間1MPa)、引き続き23℃で4週間50%の相対湿度で貯蔵した。

【0082】結果は次の表Iにまとめた。

表I

【0081】含浸した試験体を24時間23℃で水に浮かして貯蔵し、その後、付着水を濾紙でたたいて除去し計量した。

試験体の処理	吸水性 (重量%)
未処理	60
例12	20
例13	14

(10)

特開平7-150131

フロントページの続き

(72)発明者 ハンス マイアー  
ドイツ連邦共和国 ブルクハウゼン フォ  
ン・バイエル・シュトラッセ 9

(72)発明者 ギュンター コレリチュ  
ドイツ連邦共和国 ノイエッティング イ  
ンシュトラッセ 46